

ICS 71.040.30
G 62
备案号:13246—2004

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3464—2003
代替 HG/T 3464—1977

化 学 试 剂 三 氯 化 锑

Chemical reagent
Antimony trichloride

2004-01-09 发布

2004-05-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

前 言

本标准给出分析纯、化学纯二个级别。

本标准代替 HG/T 3464—1977。

本标准与 HG/T 3464—1977 相比主要变化如下：

——将项目名称“无水乙醇溶解试验”改为“乙醇溶解试验”。

——修改了含量测定溶解样品的方法。

——修改了澄清度试验溶解样品的方法。

——修改了铁测定溶解样品的方法。

——修改了硫化氢不沉淀物测定溶解样品的方法。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会化学试剂分会归口。

本标准起草单位：北京化学试剂研究所。

本标准主要起草人：郝玉林、强京林、王素芳、刘冬霓、关瑞宝。

本标准于 1977 年首次发布。

化学试剂

三氯化锑

分子式: SbCl_3

相对分子质量: 228.12 (根据 1997 年国际相对原子质量)

1 范围

本标准规定了化学试剂三氯化锑的规格、试验方法、检验规则和包装及标志。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 619 化学试剂 采样及验收规则

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(neq ISO 3696: 1987)

GB 15346 化学试剂 包装及标志

HG/T 3484 化学试剂 澄清度标准的制备及测定方法(玻璃乳浊液法)

3 性状

本试剂为无色结晶或透明固体,易吸潮。遇大量水即生成不溶性氢氧化物,溶于醇、醚、苯、二硫化碳、三氯甲烷、丙酮及酸。

4 规格

化学试剂三氯化锑应符合表 1 的规格。

表 1

项 目	分 析 纯	化 学 纯
含量(SbCl_3), % \geq	99.0	98.0
澄清度试验	合格	合格
乙醇溶解试验	合格	合格
盐酸不溶物, % \leq	0.005	0.005
铁(Fe), % \leq	0.002	0.005
砷(As), % \leq	0.005	0.03
硫化氢不沉淀物(以硫酸盐计), % \leq	0.2	0.4

注:表中“%”指质量分数。

5 试验方法

本章中除另有规定外,所用标准滴定溶液、标准溶液、试剂及制品,均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 的规定制备,实验用水应符合 GB/T 6682 中三级水规格,样品称量均精确至 0.01 g。

5.1 含量

迅速称取 0.5 g 样品(精确至 0.000 1 g)。溶于 1 mL 盐酸中,加 200 g/L 酒石酸钾钠溶液 20 mL,加 60 mL 水及 5 g 碳酸氢钠,用碘标准滴定溶液 $[c(1/2I_2)=0.1 \text{ mol/L}]$ 滴定,近终点时,加 10 g/L 淀粉指示液 2 mL,继续滴定至溶液呈蓝紫色。

同时做空白试验。

三氯化锑的质量分数 W ,数值以“%”表示,按式(1)计算:

$$W = \frac{(V_1 - V_2)cM}{m \times 1000} \times 100 \quad \text{..... (1)}$$

式中:

V_1 ——碘标准滴定溶液体积的准确数值,单位为毫升(mL);

V_2 ——空白试验碘标准滴定溶液体积的准确数值,单位为毫升(mL);

c ——碘标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

M ——三氯化锑摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol) $[M(1/2SbCl_3)=114.1]$;

m ——样品质量的准确数值,单位为克(g)。

5.2 澄清度试验

称取 20 g 样品,溶于 25 mL 盐酸中,稀释至 100 mL。其浊度不得大于 HG/T 3484 中规定的下列澄清度标准:

分析纯.....4 号;

化学纯.....6 号。

5.3 乙醇溶解试验

称取 1 g 样品,加 10 mL 无水乙醇,加热溶解。样品应全部溶解,无机械杂质。

5.4 盐酸不溶物

将测定澄清度试验的溶液,用已在 $105^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ 的电烘箱中干燥至恒量的 4 号玻璃滤坩过滤,用 10% 盐酸溶液 100 mL 分次洗涤滤渣,于 $105^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ 的电烘箱中干燥至恒量。滤渣质量不得大于 1.0 mg。

5.5 铁

称取 0.5 g 样品,溶于 1 mL 盐酸中,加 200 g/L 酒石酸钾钠溶液 10 mL,稀释至 25 mL,加 30 mg 过硫酸铵及 250 g/L 硫氰酸铵溶液 2 mL,用 10 mL 正丁醇萃取。有机相所呈红色不得深于标准比色溶液。

标准比色溶液的制备是取含下列数量的铁标准溶液:

分析纯.....0.010 mg Fe;

化学纯.....0.025 mg Fe。

与样品同时同样处理。

5.6 砷

5.6.1 氯化亚锡溶液的制备

称取 20 g 氯化亚锡,溶于 60 mL 盐酸中。

5.6.2 测定

称取 0.5 g 样品,溶于 10 mL 氯化亚锡溶液中,放置 1 h。溶液所呈黄棕色不得深于标准比色溶液。

标准比色溶液的制备是取含下列数量的砷标准溶液:

分析纯·····	0.025 mg As;
化学纯·····	0.150 mg As。

与样品同时同样处理。

5.7 硫化氢不沉淀物

称取 1 g 样品,溶于 10 mL 盐酸中,加 90 mL 水,通入硫化氢使铋沉淀完全,放置至溶液澄清后过滤。取 50 mL,置于已在 $800^{\circ}\text{C} \pm 50^{\circ}\text{C}$ 高温炉中灼烧至恒量蒸发皿中,加 0.5 mL 硫酸,加热至硫酸蒸气逸尽,于 $800^{\circ}\text{C} \pm 50^{\circ}\text{C}$ 高温炉中灼烧至恒量。残渣的质量不得大于:

分析纯·····	1 mg;
化学纯·····	2 mg。

6 检验规则

按 GB/T 619 的规定进行采样及验收。

7 包装及标志

按 GB 15346 的规定进行包装、贮存与运输,并给出标志。

包装单位:第 4、5 类。

内包装形式:NBV-4、NBV-5。

隔离材料:GC-2、GC-3、GC-4。

外包装形式:WB-1。

标签应注明“腐蚀品”。